

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-184480

(43) 公開日 平成6年(1994)7月5日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 09 D 11/00	P S Z	7415-4 J		
C 09 B 67/46		A 7306-4 H		
D 06 P 5/00	1 1 1	A 9160-4 H		

審査請求 未請求 請求項の数3(全5頁)

(21) 出願番号 特願平4-353921

(22) 出願日 平成4年(1992)12月16日

(71) 出願人 000004086

日本化薬株式会社

東京都千代田区富士見1丁目11番2号

(72) 発明者 村上 靖夫

埼玉県川口市中青木3-1-16-323

(72) 発明者 和泉 薫

広島県深安郡神辺町湯野1000

(72) 発明者 久保 基禎

埼玉県鴻巣市東1-5-16

(54) 【発明の名称】 インクジェットプリント用インク組成物

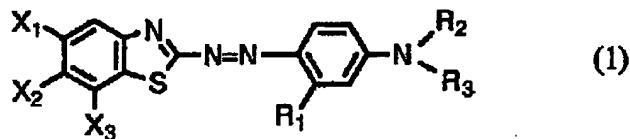
(57) 【要約】

【目的】 長期分散性が安定で、疎水性繊維に対するプリント適性が優れ、かつ鮮明な赤色の染料を与えるインクジェットプリント用インク組成物を提供する。

\*量%、親水性有機溶剤が2~10重量%、陰イオン界面活性剤及び/または非イオン界面活性剤が5~25重量%等の組成が好ましい。

【化1】

【構成】 一般式(1)で示される分散染料が2~20重\*

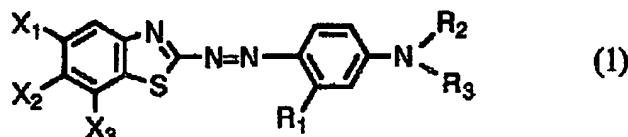


(式中、X<sub>1</sub>、X<sub>3</sub>はそれぞれ塩素原子または水素原子を表し、X<sub>2</sub>は塩素原子を表し、R<sub>1</sub>は水素原子、塩素原子、アルキル(C<sub>1-4</sub>)などを表し、R<sub>2</sub>及びR<sub>3</sub>は

各々独立してアルキル(C<sub>1-4</sub>)、シアノアルキル(C<sub>1-4</sub>)などを表わす。)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】一般式(1)で示される分散染料の少なくとも一種を含む疎水性繊維用のインクジェットプリント\*



(式中、 $X_1$ 、 $X_3$ はそれぞれ塩素原子または水素原子を表し、 $X_2$ は塩素原子を表し、 $X_1$ と $X_3$ は同じに塩素原子ではない。 $R_1$ は水素原子、塩素原子、アルキル( $C_{1-4}$ )またはアシル( $C_{1-2}$ )アミノ基を表し、 $R_2$ 及び $R_3$ は各々独立してアルキル( $C_{1-4}$ )、アルコキシ( $C_{1-4}$ )カルボニルアルキル( $C_{1-4}$ )、アルコキシ( $C_{1-4}$ )カルボニルオキシアルキル( $C_{1-4}$ )、アルキル( $C_{1-4}$ )カルボニルオキシアルキル( $C_{1-4}$ )、フェニルカルボニルオキシアルキル( $C_{1-4}$ )、シアノアルキル( $C_{1-4}$ )、フェニルアルキル( $C_{1-4}$ )、フェノキシアルキル( $C_{1-4}$ )を表す。)

【請求項2】水及び親水性有機溶剤を含有する請求項1のインクジェットプリント用インク組成物

【請求項3】陰イオン界面活性剤及び/又は非イオン界面活性剤を含有する請求項1のインクジェットプリント用インク組成物

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、分散染料のインクジェットプリント用インク組成物に関するものである。特に、ポリエステル、アセテート等の疎水性繊維からなる織布や不織布あるいはこれらの繊維と他の繊維からなる混紡織布の捺染に適したインクジェットプリント用インク組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来から、インク液滴を微小の吐出オリフィスから飛翔させてプリントを行ういわゆる、インクジェットプリント方式が知られている。この様なプリント法には、種々の法式が提案されている。例えば、ピエゾ振動子を有するプリンターヘッドに信号を与え、該信号に応じてインクの液滴を発生させてプリントするものや、インクを静電吸引し、発生した液滴を信号に応じて電界制御し、プリントを行うもの、連続振動発生法によって帶電量が制御された液滴を発生させ、該液滴を一様の電界が印加された偏向電極間に飛翔させてプリントを行うものなど多くの方式が知られている。

【0003】この様なインクジェットプリント方式は、インクの液滴(droplet)を飛翔させ、これを被染物に付着させてプリントを行うものである。かかるインクは、色材及びこれを分散する液媒体(水または各種有機溶剤あるいはこれらの混合物が用いられる)を基本成分とし、また必要に応じて各種添加剤を含有してもよ

## \*用インク組成物。

## 【化1】

い。

【0004】この種のインクの好ましい条件としては、吐出オリフィスを目詰まりさせないこと、吐出に適した液物性(粘度、表面張力、電導度等)を有していること、保存中に物性変化或は固形分が発生しないこと、高い濃度の被染物を与えること、被染物に対して定着が速く、インクのにじみが小さいこと、また耐水性、耐光性が優れていること、臭気、毒性が少なく、引火性等の安全性に優れていること等が挙げられる。

【0005】かかる目的のプリントに適用するインクは、前記のように基本的には染料とその溶媒とから組み合わされるものであるから、上記インクの特性は染料及び液媒体として用いられる成分の有する固有の性質に左右されるところが大きい。従って、インクが上記諸特性を具備するよう染料及び液媒体を選択することはかかる技術分野に於て極めて重要な技術である。

【0006】更に、最近の環境面からの社会的要求でもある、染色後の廃水のBOD、COD負荷量の低減である。インクジェットプリント方式により捺染糊の大幅削減が可能となったが、インク側自体も排水負荷量の小さいものであることが望ましい。即ち、各種添加剤の添加量が少なくて、染料は高濃度で長期にわたって貯蔵安定性が良いことが望まれ、このような面からも染料及び液媒体を選択することは益々重要な技術である。

【0007】また、インクジェットプリントでは、通常三原色(黄、赤、青)は鮮明な色相であることが要求される。更に、繊維上にプリントを行う為に使用する染料に染色特性、例えば染色再現性、各種堅牢度、白場汚染性等にも優れていることが要求される。

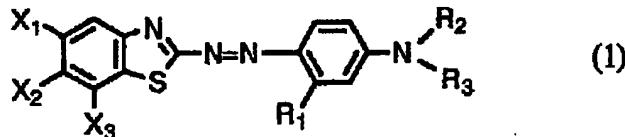
【0008】係る観点から分散染料を用いるインクジェットプリント用インクが提案されている。例えば有機溶剤中に分散染料を溶解させたもの(特公昭54-21766号公報、特開昭60-75693号公報)、或は水に分散染料を分散させたタイプのもの(特開昭60-75692号公報、60-133076号公報、特公昭62-57750号公報、特開平4-33309号公報等)等がある。

【0009】しかしながら溶解タイプのインクは分散染料の溶解性が低く、染料濃度の高いインク組成物の製造が困難であり、また分散タイプのインク組成物は分散安定性の点でまだ充分に問題点が解決されていない。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、長期にわたって分散安定性に優れ、更にインクジェットプリント適性が優れ、かつ鮮明で染色特性の優れたインクジェットプリント用インク組成物を提供することにある。

【0011】



【0013】(式中、X<sub>1</sub>、X<sub>3</sub>はそれぞれ塩素原子または水素原子を表し、X<sub>2</sub>は塩素原子を表し、X<sub>1</sub>とX<sub>3</sub>は同時に塩素原子ではない。R<sub>1</sub>は水素原子、塩素原子、アルキル(C<sub>1-4</sub>)またはアシル(C<sub>1-2</sub>)アミノ基を表し、R<sub>2</sub>及びR<sub>3</sub>は各々独立してアルキル(C<sub>1-4</sub>)、アルコキシ(C<sub>1-4</sub>)カルボニルアルキル(C<sub>1-4</sub>)、アルコキシ(C<sub>1-4</sub>)カルボニルオキシアルキル(C<sub>1-4</sub>)、アルキル(C<sub>1-4</sub>)カルボニルオキシアルキル(C<sub>1-4</sub>)、フェニルカルボニルオキシアルキル(C<sub>1-4</sub>)、シアノアルキル(C<sub>1-4</sub>)、フェニルアルキル(C<sub>1-4</sub>)、またはフェノキシアルキル(C<sub>1-4</sub>)を表す。)で示される分散染料の少なくとも一種と、水、親水性有機溶剤、陰イオン界面活性剤及び/又は非イオン界面活性剤を含有することを特徴とするインクジェットプリント用インク組成物である。

【0014】本発明で使用される前記式(1)で示される染料は特公昭44-30628号等により公知である。式(1)の染料は疎水性纖維、例えばポリエチレンテレフタレート纖維を鮮明な赤色に染色することが知られている。

【0015】本発明のインク組成物中、前記式(1)で示される分散染料の使用量は、インク液全重量に対して1~30重量%、好ましくは2~20重量%の範囲である。また本発明のインク組成物の液媒体として水と親水性有機溶剤とを含む液媒体が用いられる。ここで親水性有機溶剤は不乾性剤としての効果を有しており乾燥により固体物の発生を防止する役目を持つものであり、且つインク組成物の粘度調整の役目も持つものが選ばれる。

【0016】親水性溶剤として、例えばポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール等のポリアルキリングリコール類；エチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール等のアルキレングリコール；グリセリン；N-メチル-2-ピロリドン、1、3-ジメチル-2-イミダゾリジノン等の含窒素複素環式ケトン類等の一種以上を液媒体成分として使用することが出来る。

【0017】インク組成物中の上記親水性有機溶剤の含有量は、一般にはインク液全重量に対して1~20重量

\* 【課題を解決するための手段】本発明者らは前記したような問題点を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、本発明に至ったものである。即ち、本発明は、式(1)

【0012】

【化2】

(1)

%、好ましくは2~10重量%の範囲である。

【0018】本発明に使用される陰イオン界面活性剤としては、例えば具体的にはリグニンスルホン酸塩類、ナフタレンスルホン酸塩ホルマリン縮合物、アルキルナフタレンスルホン酸塩のホルマリン縮合物、特殊芳香族スルホン酸塩のホルマリン縮合物等が挙げられる。また非イオン界面活性剤としては、エチレンオキサイドとプロピレンオキサイドとのブロック共重合物、アルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物等が挙げられる。但しこれらに限定されるものではない。

【0019】上記の如き界面活性剤は単独でも混合物でも使用できる。またその使用量はインク組成物全重量に対して3~50重量%、好ましくは5~25重量%の範囲である。

【0020】本発明のインク組成物をインクジェット方式に適用するには前記式(1)で示される分散染料に上記の界面活性剤の一種或は混合物と水を加えボールミル或はサンドミル等を用いて充分に湿式粉碎し染料の粒子径を5ミクロン以下、好ましくは0.5ミクロン以下程度にし、水及び親水性有機用剤を用いて所望の染料濃度に希釈した後、粒子径の大きい染料、ゴミ、異物等を必要に応じてフィルターを通すことにより除去して使用に供される。

【0021】このようにして調整された本発明のインクジェットプリント用インク組成物は、種々の特性の中でも特に安定性、長期保存性に優れ、吐出オリフィスを目詰まりさせない等の点で特徴がある。尚、防菌、防かび剤(例えば武田薬品製のデルトップ等)を添加する場合は、濾過前の段階で添加してもよい。

【0022】

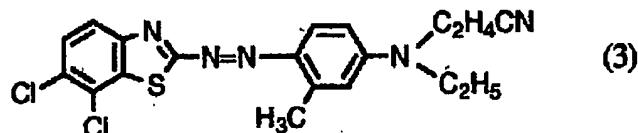
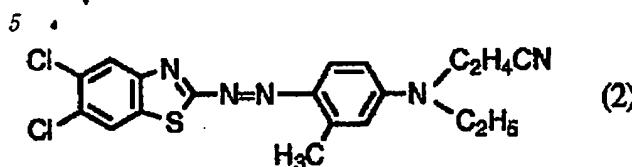
【実施例】実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明がこれらの実施例のみに限定するものではない。尚実施例中、%及び部とあるのは重量基準である。

【0023】実施例1

ジアゾ化、カップリングの公知方法により合成して得た下記式(2)、(3)の1:1の混合物

【0024】

【化3】



18部、ナフタレンスルホン酸ナトリウムのホルマリン縮合物6、5部、エチレンオキサイドとプロピレンオキサイドのブロック共重合物4、3部と水45部をガラスピーズ100容量部の存在下サンドミルで24時間湿式粉碎を行い微粒子化した。ガラスピーズを濾過により除き分散液60部を得た。これにグリセリン10、6部及び水75、4部を加え染料濃度10%のインク組成物を得た。これをさらに10ミクロンのフィルターを通過させて染料粒子の大きいもの、異物等を除きインクジェットプリント用の平均粒子径0.5ミクロンの10%インク組成物を得た。

【0025】本実施例により得たインクジェットプリント用インク組成物は、常温または低温(摂氏0℃)においても一ヶ月以上凝集或は沈殿せず良好な安定性を示し\*

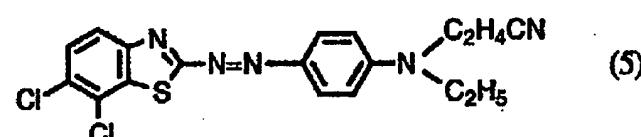
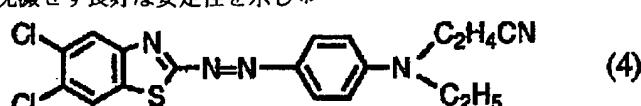
\*た。

【0026】上記実施例により得たインクを使用して、オンデマンド型インクジェットプリンターにて、前処理したポリエチレンテレフタレート繊維に印捺し、80℃で乾燥後、170℃の過熱蒸気中で7分間保持し、水洗、還元洗浄し水洗、乾燥を行った。印捺した部分が鮮明な赤色に発色した染色物が得られた。これはにじみも全く無いきれいな染色物であった。

20 【0027】実施例2 実施例1と同様に合成して得た下記式(4)、(5)の1:1の混合物

【0028】

【化4】



17部、ナフタレンスルホン酸ナトリウムのホルマリン縮合物15部、リグニンスルホン酸ナトリウム8部と水50部をガラスピーズ100容量部の存在下サンドミルで36時間湿式粉碎を行い微粒子化した。ガラスピーズを濾過により除き分散液66部を得た。これにエチレンオキサイドとプロピレンオキサイドとのブロック共重合物1部、エチレングリコール10部及びイオン交換水83部を加え平均粒子径0.3ミクロンの8%インク組成物を得た。

【0029】本実施例により得たインクジェットプリント用インク組成物は、常温または低温(摂氏0℃)においても一ヶ月以上凝集或は沈殿せず良好な安定性を示した。

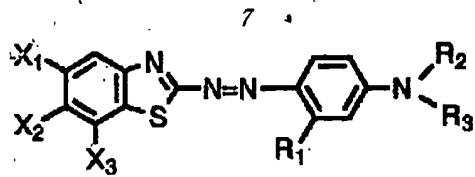
【0030】上記実施例により得たインクを使用して、オンデマンド型インクジェットプリンターにて、前処理したポリエチレンテレフタレート繊維に印捺し、80℃で乾燥後、170℃の過熱蒸気中で7分間保持し、水

洗、還元洗浄し水洗、乾燥を行った。印捺した部分が鮮明な赤色に発色した染色物が得られた。これはにじみも全く無いきれいな染色物であった。

40 【0031】実施例3～16 公知方法により第1表の様な化合物を合成し、実施例1あるいは実施例2と同様にしてインク組成物を作製しこれらのインクを用いて、オンデマンド型インクジェットプリンターにて、前処理済みのポリエステル繊維に印捺し、にじみの全く無い鮮明赤色に発色した染色物を得ることが出来る。表中、R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>は次式の置換基を意味する。

【0032】

【化5】



\*但し、X<sub>1</sub>、X<sub>2</sub>、X<sub>3</sub>はそれぞれ塩素原子を表し、X<sub>1</sub>とX<sub>2</sub>、X<sub>2</sub>とX<sub>3</sub>の混合物である。

【0033】

【表1】

\*

表1

実施例	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>
3	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN
4	〃	〃	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
5	〃	〃	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOPh
6	〃	〃	CH <sub>2</sub> Ph
7	〃	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OPh
8	〃	CH <sub>3</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> Ph
9	〃	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>
10	〃	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	〃
11	C <sub>1</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
12	NHCOCH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> COOCH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> COOCH <sub>3</sub>
13	〃	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
14	〃	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOOCH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOOCH <sub>3</sub>
15	〃	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
16	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> COOCH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> COOCH <sub>3</sub>

(但し、Phはフェニル基を意味する。)

【0034】

【発明の効果】長期間保存しても分散安定性に優れ、疎水性繊維に対するインクジェットプリント適性に優れ且

つ鮮明な赤色の染料を与える有用なインク組成物が得られた。